



中华人民共和国国家标准

GB/T 4325.23—2013

代替 GB/T 4325.25—1984, GB/T 4325.26—1984

钼化学分析方法 第 23 部分：氧量和氮量的测定 惰气熔融红外吸收法-热导法

Methods for chemical analysis of molybdenum—
Part 23: Determination of oxygen and nitrogen contents—
Inert gas fusion-infrared absorption and thermal conductivity method

2013-05-09 发布

2014-02-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

GB/T 4325《钼化学分析方法》分为 26 部分：

- 第 1 部分：铅量的测定 石墨炉原子吸收光谱法；
- 第 2 部分：镉量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 3 部分：铋量的测定 原子荧光光谱法；
- 第 4 部分：锡量的测定 原子荧光光谱法；
- 第 5 部分：锑量的测定 原子荧光光谱法；
- 第 6 部分：砷量的测定 原子荧光光谱法；
- 第 7 部分：铁量的测定 邻二氮杂菲分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 8 部分：钴量的测定 钴试剂分光光度法和火焰原子吸收光谱法；
- 第 9 部分：镍量的测定 丁二酮肟分光光度法和火焰原子吸收光谱法；
- 第 10 部分：铜量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 11 部分：铝量的测定 铬天青 S 分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 12 部分：硅量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 13 部分：钙量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 14 部分：镁量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 15 部分：钠量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 16 部分：钾量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 17 部分：钛量的测定 二安替比林甲烷分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 18 部分：钒量的测定 钼试剂分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 19 部分：铬量的测定 二苯基碳酰二肼分光光度法；
- 第 20 部分：锰量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 21 部分：碳量和硫量的测定 高频燃烧红外吸收法；
- 第 22 部分：磷量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第 23 部分：氧量和氮量的测定 惰气熔融红外吸收法-热导法；
- 第 24 部分：钨量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 25 部分：氢量的测定 惰气熔融红外吸收法/热导法；
- 第 26 部分：铝、镁、钙、钒、铬、锰、铁、钴、镍、铜、锌、砷、镉、锡、锑、钨、铅和铋量的测定 电感耦合等离子体质谱法。

本部分为 GB/T 4325 的第 23 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 GB/T 4325.25—1984《钼化学分析方法 惰气熔融库仑滴定法测定氧量》和 GB/T 4325.26—1984《钼化学分析方法 奈氏试剂光度法测定氮量》。本部分与 GB/T 4325.25—1984 和 GB/T 4325.26—1984 相比，主要技术变化如下：

- 将测定氧的方法由“惰气熔融库仑滴定法”改为“惰性气体熔融红外检测法”；
- 将测定氮的方法由“奈氏试剂光度法”改为“惰性气体熔融红外热导检测法”；
- 采用了钼中氧、氮同时测定的方法；
- 增加了试验报告。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

GB/T 4325.23—2013

本部分起草单位：西北有色金属研究院、广州有色金属研究院、金堆城钼业股份有限公司、洛阳栾川钼业集团股份有限公司。

本部分主要起草人：李波、王辉、石新层、郑伟、庄艾春、谢明明、陈凤群、高晓莉、肖红新、任忆琪、李红、韩莉。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 4325.25—1984、GB/T 4325.26—1984。

钼化学分析方法

第 23 部分: 氧量和氮量的测定

惰气熔融红外吸收法-热导法

1 范围

GB/T 4325 的本部分规定了惰气熔融红外吸收法-热导法同时测定钼中的氧量和氮量。
本部分适用于钼中氧量和氮量的测定。测定范围: 氧 0.000 5%~1.00%; 氮 0.000 5%~0.020%。

2 方法提要

将试料与助熔剂加入石墨坩埚, 在惰性气体(氦气)保护下加热熔融, 其中氧与坩埚中碳结合形成 CO, 氮以 N₂ 形式释放。CO 被部分氧化成 CO₂, CO₂ 和剩余的 CO 随载气流进入红外检测器, 检测器输出信号, 计算系统根据样品质量计算氧含量, 结果以百分含量显示。气路中的 CO、CO₂ 分别被吸收分离, 剩余氮气随载气(氦气)进入热导检测器, 检测器输出信号, 计算系统根据样品质量计算氮含量, 结果以百分含量显示。

3 试剂与材料

- 3.1 丙酮。
- 3.2 石墨坩埚: 光谱纯。
- 3.3 镍囊(厚度 ≤ 0.05 mm, $w_{\text{O}} \leq 0.001\%$, $w_{\text{N}} \leq 0.000 08\%$)。
- 3.4 镍篮($w_{\text{O}} \leq 0.000 5\%$, $w_{\text{N}} \leq 0.000 05\%$)。
- 3.5 高氯酸镁。
- 3.6 碱石棉。
- 3.7 稀土氧化铜。
- 3.8 纯铜丝。
- 3.9 氦气, 体积分数不小于 99.99%。
- 3.10 标准物质/标准样品: 材质应与未知样品相近, 且氧/氮含量略高于未知样品中的氧/氮含量。

4 仪器装置

- 4.1 惰性气体熔融红外-热导检测系统, 包括一个电极炉、载气净化及分析气流转化系统、一氧化碳红外检测器和二氧化碳红外检测器、氮热导检测器、电脑及软件控制系统。
- 4.2 氦气瓶和调压器。
- 4.3 天平: 分度值 0.1 mg。
- 4.4 坩埚钳。

5 试样

- 5.1 块状试样在砂轮机上打磨其表面, 加工成质量为 0.05 g~0.08 g 的颗粒, 经丙酮清洗, 取出后冷